

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
16 octobre 2003 (16.10.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
WO 2003/084897 A3

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> :  
C04B 40/04, C08L 91/00

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR2003/001046

(22) Date de dépôt international : 3 avril 2003 (03.04.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
02/04208 4 avril 2002 (04.04.2002) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :  
CHRYSO S.A.S. [FR/FR]; 19, place de la Résistance,  
F-92446 Issy les Moulineaux (FR).

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : MOS-  
QUET, Martin [FR/FR]; 6, allée du Clos de l'Ardoise,  
F-45300 Sermaises (FR). MALBAULT, Olivier [FR/FR];  
137, rue de la Ferté Alais, F-91820 Boutigny sur Essonne  
(FR). DUBOIS-BRUGGER, Isabelle [FR/FR]; 6, rue du  
Viaduc, F-77210 Avon (FR).

(74) Mandataire : IXAS CONSEIL; GAUCHERAND,  
Michel, 15, rue Emile Zola, F-69002 LYON (FR).

(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,  
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,  
MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE,  
SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ,  
VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (régional) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,  
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet  
eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet  
européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,  
FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,  
TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,  
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Publiée :

— avec rapport de recherche internationale

(88) Date de publication du rapport de recherche  
internationale: 1 avril 2004

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrévia-  
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et  
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de  
la Gazette du PCT.

(54) Title: COMPOSITIONS FOR CURING MORTAR OR CONCRETE MIXTURES ENSURING WATER RETENTION (DURING SETTING) AND METHOD THEREFOR

(54) Titre : COMPOSITIONS DE CURE DE MORTIERS OU BETONS ASSURANT LA RETENTION D'EAU (PENDANT LA PRISE) ET PROCEDE DE MISE EN OEUVRE

(57) Abstract: The invention concerns compositions to be applied on the surfaces of freshly poured mortar and/or concrete mixtures, prior to setting, to prevent evaporation of the water required for setting and hardening, characterized in that, to obtain synergy thereof them relative to water retention, they consist, in the form of aqueous emulsions of: a) at least one petroleum or synthetic paraffin containing, in mixture, saturated and unsaturated aliphatic hydrocarbons of general formulae  $C_nH_{2n+2}$  and  $C_nH_{2n}$ , wherein n is at least equal to 30 and whereof the melting point ranges between 40 °C and 75 °C; b) at least one linear and/or cyclic hydrocarbon oil, of aliphatic and/or naphthenic origin, which are hydrocarbon chains, alone or mixed, of general formulae  $C_nH_{2n+2}$  and  $C_nH_{2n}$ , wherein n is less than 30, in liquid state at room temperature; c) and/or at least one oil consisting of at least one ester derived from the condensation reaction of a saturated and/or unsaturated fatty acid with a mono-, di- or trihydric alcohol.

(57) Abrégé : Compositions destinées à être appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés, pour empêcher l'évaporation de l'eau nécessaire à leur prise et à leur durcissement, contenant sous la forme d'émulsions aqueuses : a) d'au moins une paraffine d'origine pétrolière ou de synthèse dont le point de fusion est compris entre 40°C et 75°C ; b) d'au moins une huile hydrocarbonée linéaire et/ou cyclique, d'origine aliphatique et/ou naphénique, dans un état liquide à température ambiante ; c) et/ou d'au moins une huile formée d'au moins un ester résultant de la réaction de condensation d'un acide gras saturé et/ou insaturé avec un alcool mono, di ou trihydrique.

WO 2003/084897 A3

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
16 octobre 2003 (16.10.2003)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 03/084897 A2**

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> : C04B 40/04

(74) Mandataire : IXAS CONSEIL; GAUCHERAND,  
Michel, 15, rue Emile Zola, F-69002 LYON (FR).

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR03/01046

(81) États désignés (*national*) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,  
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,  
MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE,  
SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ,  
VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(22) Date de dépôt international : 3 avril 2003 (03.04.2003)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
02/04208 4 avril 2002 (04.04.2002) FR

(84) États désignés (*régional*) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,  
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet  
eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet  
européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI,  
FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK,  
TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,  
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(71) Déposant (*pour tous les États désignés sauf US*) :  
CHRYSO S.A.S. [FR/FR]; 19, place de la Résistance,  
F-92446 Issy les Moulineaux (FR).

**Publiée :**

— sans rapport de recherche internationale, sera republiée  
dès réception de ce rapport

(72) Inventeurs; et

(75) Inventeurs/Déposants (*pour US seulement*) : MOS-  
QUET, Martin [FR/FR]; 6, allée du Clos de l'Ardoise,  
F-45300 Sermaises (FR). MALBAULT, Olivier [FR/FR];  
137, rue de la Ferté Alais, F-91820 Boutigny sur Essonne  
(FR). DUBOIS-BRUGGER, Isabelle [FR/FR]; 6, rue du  
Viaduc, F-77210 Avon (FR).

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrévia-  
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et  
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de  
la Gazette du PCT.

(54) Title: COMPOSITIONS FOR CURING MORTAR OR CONCRETE MIXTURES ENSURING WATER RETENTION (DURING SETTING) AND METHOD THEREFOR

(54) Titre : COMPOSITIONS DE CURE DE MORTIERS OU BETONS ASSURANT LA RETENTION D'EAU (PENDANT LA PRISE) ET PROCEDE DE MISE EN OEUVRE

(57) Abstract: The invention concerns compositions to be applied on the surfaces of freshly poured mortar and/or concrete mixtures, prior to setting, to prevent evaporation of the water required for setting and hardening, characterized in that, to obtain synergy thereof them relative to water retention, they consist, in the form of aqueous emulsions of: a) at least one petroleum or synthetic paraffin containing, in mixture, saturated and unsaturated aliphatic hydrocarbons of general formulae  $C_nH_{2n+2}$  and  $C_nH_{2n}$ , wherein n is at least equal to 30 and whereof the melting point ranges between 40 °C and 75 °C; b) at least one linear and/or cyclic hydrocarbon oil, of aliphatic and/or naphthenic origin, which are hydrocarbon chains, alone or mixed, of general formulae  $C_nH_{2n+2}$  and  $C_nH_{2n}$ , wherein n is less than 30, in liquid state at room temperature; c) and/or at least one oil consisting of at least one ester derived from the condensation reaction of a saturated and/or unsaturated fatty acid with a mono-, di- or trihydric alcohol.

(57) Abrégé : L'invention concerne des compositions destinées à être appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés, avant le début de prise, pour empêcher l'évaporation de l'eau nécessaire à leur prise et à leur durcissement, qui se caractérisent en ce que, dans le but de les rendre synergique à l'égard de la rétention d'eau, elles se composent, sous la forme d'émulsions aqueuses : a) d'au moins une paraffine d'origine pétrolière ou de synthèse renfermant, en mélange, des hydrocarbures saturés et insaturés aliphatiques de formules générales  $C_nH_{2n+2}$  et  $C_nH_{2n}$  pour lesquels n est au moins égal à 30 et dont le point de fusion est compris entre 40°C et 75°C ; b) d'au moins une huile hydrocarbonée linéaire et/ou cyclique, d'origine aliphatique et/ou naphtéénique, qui sont des chaînes hydrocarbonées, seules ou en mélange, de formules générales  $C_nH_{2n+2}$  et  $C_nH_{2n}$  pour lesquelles n est inférieur à 30, dans un état liquide à température ambiante ; c) et/ou d'au moins une huile formée d'au moins un ester résultant de la réaction de condensation d'un acide gras saturé et/ou insaturé avec un alcool mono, di ou trihydrique.

WO 03/084897 A2

COMPOSITIONS DE CURE DE MORTIERS OU BETONS  
ASSURANT LA RETENTION D'EAU (PENDANT LA PRISE)  
ET PROCEDE DE MISE EN ŒUVRE

5

Domaine de l'invention

L'invention concerne des compositions de traitement de surfaces de mortiers et/ou bétons fraîchement mis en œuvre  
10 assurant la rétention d'eau nécessaire à leur prise et leur durcissement.

L'invention concerne plus particulièrement des compositions de cure pour mortiers et/ou bétons  
15 fraîchement mis en œuvre pour empêcher l'évaporation d'une partie de l'eau intervenant dans leur préparation, car nécessaire à leur prise et leur durcissement, compositions comprenant en émulsion aqueuse au moins une paraffine et au moins une huile à base d'ester et/ou une huile à base  
20 de chaînes hydrocarbonées linéaires et/ou cycliques, ramifiées ou non, issues de la rectification de pétrole brut, ces divers composés agissant en pleine synergie.

L'invention concerne également le procédé de préparation  
25 et de mise en œuvre desdites compositions à la surface des mortiers et/ou bétons fraîchement coulés.

L'invention concerne enfin l'utilisation desdites compositions sous la forme d'une couche, déposées sur la  
30 surface de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés, mis en œuvre pour assurer la rétention d'eau au sein de mortiers et/ou bétons au moment de leur prise et de leur durcissement et y maintenir une quantité d'eau suffisante aux fins d'empêcher, ou d'au moins limiter, les phénomènes  
35 de retrait avec apparitions de fentes, et réserver, à ces mortiers et/ou bétons, les caractéristiques recherchées telles que, par exemple, un très faible retrait, une bonne imperméabilité à l'eau, une excellente résistance au gel et autres.

### Etat de la technique

L'incorporation d'eau dans un milieu contenant un liant hydraulique parmi ses constituants, tel que mortiers et/ou  
5 bétons, provoque des réactions irréversibles de formation de cristaux en aiguilles par hydratation des sels minéraux présents, initialement amorphes et anhydres, et conduit à la prise du liant hydraulique par l'enchevêtrement de ces cristaux en aiguilles, en épaississant et en affermissant,  
10 puis durcissant le milieu les contenant.

Comme l'usage de liant hydraulique ou de milieux en contenant se fait à l'air libre, et comme, en plus, la réaction de prise est exothermique, il est connu qu'une  
15 fraction de l'eau incorporée dans le liant ou dans le milieu en contenant s'évapore et qu'il y a, dès lors, un manque d'eau pour assurer la poursuite de la cristallisation lors de l'étape de durcissement au cours de laquelle le liant hydraulique ou le milieu le contenant acquiert toutes les caractéristiques mécaniques  
20 recherchées telles que, par exemple, un faible taux de retrait, une imperméabilité à l'eau, une résistance aux basses températures, une résistance mécanique importante.

25 Depuis longtemps, un défaut parmi les plus connus est l'apparition de fissures liées au retrait du mortier ou du béton contenant un liant hydraulique, au cours du durcissement, ce retrait étant très fréquemment la conséquence d'une perte d'eau par évaporation lorsque le milieu contenant le liant hydraulique, en particulier les  
30 mortiers et bétons, est soumis à l'action simultanée de l'exothermicité développée par la prise, de son exposition au soleil et de l'existence d'une ventilation naturelle desséchante.

35 Divers moyens ont été utilisés pour suppléer ou empêcher une perte par évaporation d'une partie de l'eau incorporée dans les milieux contenant, parmi leurs constituants, un liant hydraulique tel que, en particulier, les mortiers et  
40 bétons.

Selon un premier type de moyens, un traitement classique et ancien, pour empêcher l'évaporation d'eau, consiste à maintenir au contact de la surface de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés une ambiance d'humidité la plus permanente possible pendant le temps de prise, par la création d'un film d'eau entretenu ou par la mise en œuvre d'un substrat textile à caractère spongieux, imbibé d'eau, ou encore par l'utilisation d'un film polymère déroulé sur ladite surface pour empêcher l'évaporation, en créant une ambiance de serre entre la surface à protéger et l'atmosphère.

Mais, ce premier type de moyens est peu pratiqué aujourd'hui sur les chantiers de constructions ou de rénovation importante tant il nécessite une surveillance attentive et, dès lors, mobilise de la main d'œuvre.

Selon un autre type de moyens, un film continu adhérent et protecteur est créé sur la surface des mortiers et/ou des bétons en y déposant, par pulvérisation ou par brossage, une paraffine seule ou associée à au moins une résine hydrocarbonée, en solution dans un solvant organique pour former une barrière entre ladite surface et l'atmosphère ambiante et empêcher ainsi que se produise le phénomène d'évaporation de l'eau présente dans la composition des mortiers et/ou bétons.

Toutefois, ce type de moyens manifeste plusieurs inconvénients qui peuvent rendre rédhibitoire son exploitation. Parmi les inconvénients les plus importants, l'emploi de solvants organiques constitue un danger pour l'environnement, surtout quand sont mis en œuvre des solvants à caractère cancérigène tel que le benzène, le toluène et d'autres solvants aromatiques ou encore des solvants halogénés tels que des hydrocarbures chlorés (trichloréthylène ou perchloréthylène). D'autres inconvénients majeurs sont également perceptibles, tels que, par exemple :

- 5 - l'incompatibilité des solvants organiques avec l'eau qui oblige à attendre, pour la création du film protecteur sur la surface à protéger, que l'humidité de cette surface soit la plus faible possible, ledit film étant créé dès lors que la prise des mortiers et/ou bétons est déjà bien amorcée. En conséquence, la création du film est trop tardive et souvent inopérante car l'évaporation de l'eau, qui doit être empêchée, est également engagée, voire bien avancée ;
- 10 - la dégradation mal contrôlée, incomplète et irrégulière du film créé pour former barrière à l'évaporation, par l'action du rayonnement ultraviolet qui laisse des résidus du film de protection adhérant à la surface traitée ;
- 15 - la diminution des capacités d'adhésion aux surfaces ainsi traitées, des matériaux de finition tels que des revêtements de plâtre, peintures, colles pour céramiques et autres, quand le film créé pour former barrière à l'évaporation est partiellement dégradé au moment où commencent les travaux de finition.
- 20
- 25 Enfin, selon un autre type de moyens, un film continu et protecteur est créé sur la surface des mortiers et/ou des bétons fraîchement coulés en y déposant, par pulvérisation ou par brossage, une émulsion dans l'eau d'une paraffine seule ou associée à au moins un autre composé tel que une
- 30 résine hydrocarbonée, une huile hydrocarbonée et/ou une charge pigmentaire et/ou des alcools gras et/ou des acides gras, pour former, d'une manière précoce au début de la prise, une barrière entre ladite surface et l'atmosphère ambiante et empêcher ainsi que se produise le phénomène
- 35 d'évaporation de l'eau intervenant dans la composition des mortiers et/ou bétons. Cette émulsion a en commun avec les mortiers et bétons la présence de l'eau qui rend compatible et particulièrement intéressant ce type de traitement anti-évaporation.

Relevant de ce dernier type de moyens, de nombreux documents décrivent des compositions en émulsion dans l'eau destinées au traitement de surfaces de mortiers et/ou bétons fraîchement mis en œuvre, dont la fonction est d'empêcher l'évaporation de l'eau intervenant dans la formation desdits mortiers et bétons.

Un premier document (US2,928,752) décrit des émulsions aqueuses destinées à la protection des surfaces de mortiers et/ou bétons pendant la période de prise, puis au début de la période de durcissement, pour éviter l'évaporation d'eau, ces émulsions comprenant une paraffine, un produit de réaction fait d'oxyde d'éthylène et d'alcool oléique insaturé, un sel aminé d'acide carboxylique à longue chaîne en C<sub>12</sub> à C<sub>18</sub>, un alcool gras à longue chaîne en C<sub>12</sub> à C<sub>20</sub> et, éventuellement, une faible quantité (0 à 10% en poids) d'une huile minérale intimement mélangée, quand elle est présente, à la paraffine fondue pour rendre cette paraffine plus maléable.

Ces compositions, dont l'inconvénient essentiel est d'être rendues complexes par le nombre de composants qui les forment, sont censées être rendues plus adhésives aux surfaces de mortiers et/ou de bétons à protéger de l'évaporation de l'eau grâce à la présence de la fonction amine ayant une affinité envers des composants des mortiers et/ou bétons.

Toutefois, ces compositions de revêtement protecteur des surfaces de mortiers et/ou de bétons pour empêcher l'évaporation de l'eau, comportent des inconvénients qui, outre la complexité de leurs formulations, sont, par exemple :

35

- la désactivation du mortier et/ou du béton par la présence de la fonctions alcool ou acide, inconvénient bien connu de l'homme de l'art et qui se manifeste par une agression chimique de la surface à protéger avec

disparition du liant hydraulique sur et autour du granulat présent, et création d'un état de surface irrégulier après prise et durcissement ;

- 5       - la création d'un retard de prise en surface du mortier et/ou du béton traité, attaché à la présence de la fonction alcool et, dès lors, un retard dans l'évaporation ;
- 10       - des manques d'adhérence des matériaux de finition appliqués sur les surfaces traitées au moyen desdites compositions ;
- 15       - une rétention d'eau souvent insuffisante dans les mortiers et/ou bétons traités en surface, entraînant des phénomènes de fissuration.

Un autre document (US3,189,469) décrit des émulsions aqueuses à capacité réfléchissante quand elles sont  
20 appliquées sur les surfaces de mortiers et/ou bétons fraîchement coulés, à protéger de l'évaporation de l'eau pendant la période de prise et le début du durcissement, qui se compose, en combinaison, d'une cire hydrocarbonée, qui est essentiellement de la paraffine, à raison de 15 à  
25 50% en poids, d'un produit de réaction entre des acides gras saturés et insaturés en  $C_{12}$  à  $C_{22}$  et d'un agent alcalin tel qu'un hydroxyde alcalin ou une amine à raison de 1 à 10% en poids dudit produit, d'un pigment minéral à haut pouvoir réfléchissant, tel que du  $TiO_2$ , à raison de 1  
30 à 10% en poids et un agent dispersant non ionique et anionique à raison de 1 à 3% en poids.

Ces compositions sont censées être rendues plus adhérentes aux surfaces de mortiers et/ou bétons à protéger de  
35 l'évaporation de l'eau, grâce à la présence de la fonction amine ou du composé alcalin neutralisant la fonction acide des acides gras saturés et insaturés, cette fonction amine et ce composé alcalin ayant l'avantage d'avoir une affinité à l'égard des composants des mortiers et/ou  
40 bétons.



Malgré cet avantage, ces compositions de revêtement protecteur des surfaces de mortiers et/ou bétons pour empêcher l'évaporation de l'eau au cours de leur prise et de leur durcissement comportent des inconvénients qui sont, par exemple :

- la complexité de leur formulation ;
- 10 - la désactivation du mortier et/ou du béton par la présence de la fonction acide apportée par les acides gras, qui entraîne une attaque du liant hydraulique en surface, en dégageant les charges minérales ;
- 15 - l'apparition d'un retard de prise en surface des mortiers et/ou bétons traités et, de ce fait, un décalage de l'évaporation de l'eau en surface ;
- les manques d'adhérence des matériaux de finition
- 20 appliqués sur les surfaces traitées ;
- la présence d'un pigment tel que le  $TiO_2$  pour procurer auxdites compositions une capacité de haute réflectance susceptible d'être une aide pour diminuer
- 25 l'évaporation de l'eau en surface des mortiers et/ou bétons au cours de la prise et du durcissement ;
- une rétention d'eau à considérer comme insuffisante.

30 Un autre document (US4,239,540) décrit une émulsion aqueuse pour la protection des surfaces de mortiers et/ou bétons fraîchement coulés, pour empêcher l'évaporation d'eau pendant la période de prise, puis de durcissement, qui se compose d'une paraffine (18,2% en poids), d'un

35 mélange d'huiles formé d'une huile de coco (4,2% en poids), d'une huile de soja (3,3% en poids), d'une huile de lin (4,2% en poids), d'acides stéarique (3,4% en poids), d'acide hénacosanique (1,6% en poids), de l'eau (62,5% en poids) et un ester d'éthyl et d'acide cyanurique

40 (2,6% en poids) comme agent émulsifiant.

Cette émulsion aqueuse de composition très particulière et très étroite, qui pourrait paraître intéressante pour le traitement de prévention contre l'évaporation de l'eau des surfaces de mortiers et/ou bétons au moment de la prise et du durcissement, est en réalité non exploitable tant les résultats énoncés montrent sa très faible capacité à être un rétenteur d'eau (0,027 à 0,038 g d'eau/cm<sup>2</sup>). En outre, cette émulsion aqueuse contient des acides organiques dont la fonction acide :

10

- a la propriété de désactiver les surfaces de mortier et/ou béton sur lesquelles ladite émulsion est déposée ;
- 15 - provoque également un retard de prise en surface desdits mortiers et/ou bétons traités.

Un autre document (US4,495,319) divulgue une méthode de préparation d'une émulsion destinée au traitement de cure de surfaces de mortiers et/ou bétons fraîchement coulés pour empêcher l'évaporation de l'eau présente à la surface desdits mortiers et/ou bétons au cours de la période de prise et de la période de durcissement. Cette émulsion est formée à partir de résine hydrocarbonée, de paraffine, d'agents émulsifiants obtenus à partir d'acides gras et de morpholine. La présence de pigments tels que du TiO<sub>2</sub> et/ou de charge minérale telle que du CaCO<sub>3</sub>, est également divulguée.

30 Toutefois, cette émulsion présente l'inconvénient d'être composée de matières solides à la température ambiante, c'est-à-dire de paraffine et de résine hydrocarbonées à l'état solide, rendant difficile la préparation de l'émulsion et conduisant à une émulsion qui peut être instable et à une exploitation comme film de protection contre l'évaporation de l'eau de surface des mortiers et/ou bétons fraîchement coulés assez décevante : la capacité de cette émulsion à empêcher une perte d'eau par évaporation apparaît insuffisante quand bien même cette

35

émulsion contiendrait un pigment pour en augmenter la réflectance et, dès lors, pour essayer d'augmenter son efficacité.

- 5 Un autre document (FR2691962) décrit des émulsions aqueuses de paraffine et de résines hydrocarbonées naturelles ou synthétiques, en particulier des résines de pin qui sont destinées à être appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou bétons fraîchement coulés, pour limiter  
10 l'évaporation de l'eau pendant la période de prise et le début du durcissement.

Toutefois, ces émulsions sont composées de matières solides à la température ambiante, rendant leur  
15 préparation difficile, leur stabilité dans le temps incertaine, leur utilisation comme film de protection contre l'évaporation de l'eau de surface des mortiers et/ou bétons non satisfaisantes au regard des résultats énoncés (52,8% après deux heures, très inférieurs aux 85%  
20 de la paraffine seule).

### Objets de l'invention

- 25 Comme l'état de la technique le révèle, les émulsions aqueuses proposées et destinées à être appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés pour limiter l'évaporation de l'eau dès le début de prise présentent de nombreux inconvénients.

30 C'est pourquoi les objets assignés à l'invention sont nombreux et multiples, à la hauteur des inconvénients précités pour y apporter au moins amélioration.

- 35 Les divers objets assignés à l'invention apparaissent être la création de compositions organiques qui sont des émulsions aqueuses dotées des caractéristiques essentielles nécessaires et recherchées pour qu'elles soient appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou

bétons fraîchement coulés et, qu'une fois appliquées, elles limitent et, préférentiellement, empêchent l'évaporation de l'eau, absolument nécessaire à leur prise et à leur durcissement.

5

Parmi les caractéristiques essentielles assignées aux émulsions aqueuses selon l'invention, certaines d'entre elles sont précisées à titre illustratif. Ainsi, les émulsions aqueuses selon l'invention :

10

- doivent être formées, outre de la paraffine habituellement présente, de composés hydrocarbonés liquides à la température ambiante ;

15

- ne peuvent pas comporter de composés susceptibles de désactiver les mortiers et/ou les bétons les recevant ;

20

- doivent être exemptes de composés susceptibles de retarder, en surface, la prise des mortiers et/ou les bétons qui en sont recouverts ;

25

- doivent être faciles à préparer et stables après leur préparation ;

30

- doivent être d'une application facile sur les surfaces à traiter, préférentiellement par pulvérisation ;

- doivent être appliquées très rapidement sur les surfaces de mortiers et/ou bétons fraîchement coulés, avant le début de prise ;

35

- doivent pouvoir apporter, auxdites surfaces traitées, une protection contre l'évaporation de l'eau supérieure à celle de la paraffine seule ;

- ne doivent pas contenir de composés particulièrement néfastes pour l'environnement ;

40

- doivent être exemptes de composés cancérigènes tels que, en particulier, le benzène, le toluène, le xylène ;

- doivent permettre, après leur dégradation, une bonne adhérence pour les matériaux de finition appliqués sur les surfaces traitées.

5

### Sommaire de l'invention

Selon l'invention, les émulsions aqueuses destinées à être  
10 appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou de bétons  
fraîchement coulés pour empêcher l'évaporation de l'eau  
dès le début de prise, éliminent au moins partiellement  
les inconvénients manifestés dans l'état de la technique  
et apportent, en outre, de substantielles améliorations  
15 inexistantes dans les moyens décrits jusqu'à ce jour pour  
rendre les émulsions particulièrement efficaces dans le  
rôle qui leur est assigné.

Selon l'invention, les compositions destinées à être  
20 appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou de bétons  
fraîchement coulés, avant le début de prise, pour empêcher  
l'évaporation de l'eau nécessaire à leur prise et à leur  
durcissement, se caractérisent en ce que, dans le but de  
les rendre synergique à l'égard de la rétention d'eau,  
25 elles se composent, sous la forme d'émulsions aqueuses :

a) d'au moins une paraffine d'origine pétrolière ou de  
synthèse renfermant, en mélange, des hydrocarbures  
saturés et insaturés aliphatiques de formules  
30 générales  $C_nH_{2n+2}$  et  $C_nH_{2n}$  pour lesquels n est au moins  
égal à 30 et dont le point de fusion est compris  
entre 40°C et 75°C ;

b) d'au moins une huile hydrocarbonée linéaire et/ou  
35 cyclique, d'origine aliphatique et/ou naphténique,  
qui sont des chaînes hydrocarbonées, seules ou en  
mélange, de formules générales  $C_nH_{2n+2}$  et  $C_nH_{2n}$  pour  
lesquelles n est inférieur à 30, dans un état liquide  
à température ambiante ;

- c) et/ou d'au moins une huile formée d'au moins un ester résultant de la réaction de condensation d'un acide gras saturé et/ou insaturé avec un alcool mono, di ou trihydrique

### Description détaillée de l'invention

10 Les compositions selon l'invention, destinées à être appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés avant le début de prise pour empêcher l'évaporation de l'eau nécessaire à leur prise, sont :

- 15 - des émulsions aqueuses de paraffine et d'huiles ;
- synergiques à l'égard de la rétention d'eau à travers leurs composants et les quantités relatives engagées de ces divers composants.
- 20 - stables au stockage, même de longue durée.

Selon l'invention, les compositions destinées, par leur présence, à empêcher l'évaporation de l'eau de mortiers et/ou bétons fraîchement coulés, sont des émulsions aqueuses de paraffine. Or, une émulsion est, par définition, une dispersion d'un composé liquide ou rendu liquide dans un autre composé liquide. Dans le cas de l'invention, le composé paraffinique, dit composant (a), qui, à une température ambiante, est un composé solide non miscible à l'eau, est rendu liquide par une légère élévation de température et simultanément dispersé dans l'eau portée à une température appropriée pour la formation d'une émulsion sous forte agitation. Toutefois, le composé paraffinique peut se présenter déjà sous la forme d'une émulsion aqueuse commercialisée et être utilisé dans cet état pour la préparation des compositions selon l'invention.

La paraffine, mise en œuvre dans le cadre de l'invention pour la réalisation de l'émulsion précitée, est choisie dans le groupe constitué par des alcanes et/ou alcènes, pris seuls ou en mélange, qui sont des hydrocarbures saturés et/ou insaturés, d'origine pétrolière ou de synthèse, de formules générales  $C_nH_{2n+2}$  et  $C_nH_{2n}$  pour lesquelles  $n$  est au moins égal à 30 et est préférentiellement compris entre  $30 \leq n \leq 120$  et dont le point de fusion est compris entre  $40^\circ C$  et  $75^\circ C$  et préférentiellement compris entre  $50^\circ C$  et  $70^\circ C$ .

D'après la valeur de " $n$ " et les quantités relatives d'alcanes et alcènes formant la paraffine mise en œuvre, la densité de ladite paraffine est comprise entre 0,85 et 0,95 et préférentiellement comprise entre 0,88 et 0,92.

Pour éviter que l'émulsion réalisée par la dispersion de la paraffine fondue dans de l'eau donne un effet de coalescence, c'est-à-dire que la paraffine et l'eau se séparent en deux couches, un agent émulsifiant facilitant la stabilité de l'émulsion peut être introduit dans ladite émulsion, cet agent étant capillairement actif et se plaçant, par suite d'un phénomène d'adsorption, à la surface de séparation des micro-gouttelettes de paraffine et d'eau en les enveloppant d'un film interfacial.

Un tel agent émulsifiant peut être de nature anionique et/ou non-ionique. Il peut être choisi parmi les produits émulsifiants bien connus tels que les acides gras, en  $C_8$  à  $C_{22}$  neutralisés par une amine, en particulier la triéthanolamine, des composés sulfonés, phosphonés ; des alcool gras, des esters de sorbitan, des copolymères oxyde d'éthylène - oxyde de propylène, ou autres. De tels agents émulsifiants sont, par exemple, commercialisés par SEPPIC sous le nom de Simulsol, Montane, Montanox et par LAMBERT-RIVIERE sous le nom de Syntopon.

- Des émulsions de paraffine dans l'eau, dont la paraffine répond aux caractéristiques précitées, sont commercialisées, par exemple, par Exxon-Mobil Oil sous les noms de marques Mobilcer 115, Mobilcer 730, Mobilcer C, Prowax 397, Mobilwax 2370 ou encore par Suddentsche Emusions Chemie sous les noms de marques Wukonil KN 50, Wukonil LP 50, Wukonil LP 38 ou par Michelman sous le nom de marque ME91240E.
- 10 Les compositions selon l'invention contiennent aussi au moins une huile hydrocarbonée, dite composant (b), d'origine pétrolière de type aliphatique et/ou naphténique et, dans ce dernier cas, issues de la série des cyclopentanes et des cyclohexanes, qui sont des hydrocarbures, 15 présentes seules ou en mélanges, saturées et/ou insaturées, de formules générales  $C_nH_{2n+2}$  et/ou  $C_nH_{2n}$  pour lesquelles n est inférieur à 30 et est préférentiellement compris entre 10 et 25, ces huiles hydrocarbonées étant dans un état liquide à la température ambiante.
- 20 Toutes ces huiles ont, sous des conditions normales de température et de pression, une viscosité cinématique comprise entre 5 et 500  $mm^2/s$  et une densité comprise entre 0,83 et 0,97.
- 25 Comme huile hydrocarbonée d'origine aliphatique et/ou naphténique, il est possible d'indiquer, à titre d'exemple, l'huile Neutral, commercialisée par Exxon-Mobil, qui a une viscosité cinématique égale à 20  $mm^2/s$ , 30 ou les huiles HMVIP 30, HVI 65 commercialisées par Shell, 60 Neutral, 80 Neutral, 150 Neutral commercialisées par Exxon-Mobil.
- 35 Les compositions selon l'invention contiennent également, associées à ou en remplacement du composant (b), au moins une huile liquide à la température ambiante qui est formée d'un ester résultant de la réaction de condensation d'un acide gras saturé et/ou insaturé avec un alcool mono, di ou trihydrique, constituant le composant (c).



Les acides gras entrant dans la formation de l'ester selon l'invention sont des composés hydrocarbonés, saturés et/ou insaturés, ramifiés ou non, provenant de l'hydrogénation d'huiles et de corps gras, portant préférentiellement une seule fonction acide carboxylique. Ils sont généralement choisis, par exemple, dans le groupe constitué par les acides gras en C<sub>8</sub> à C<sub>24</sub>, tels que, par exemple, l'acide caprylique, caprique, laurique, myristique, palmitique, stéarique, arachidique, béhénique, lignocérique, palmitoléique, oléique, gadaléique, érucique, linoléique, linolénique, isolinolénique.

Les alcools entrant dans la formation de l'ester selon l'invention sont des composés hydrocarbonés comportant une, deux ou trois fonctions alcool en C<sub>2</sub> à C<sub>20</sub>. Ces alcools peuvent être choisis dans le groupe constitué par les alcanols et/ou les alcénols tels que, par exemple, l'éthanol, le propanol, le butanol, le pentanol, l'alcool stéarique, l'alcool oléique quand il s'agit d'utiliser un alcool monohydrique, dans le groupe constitué, par exemple, par les propane diol, butane diol, pentane diol, hexane diol, heptane diol, octane diol, nonane diol, décane diol, undécane diol et dodécane diol et autres dihydroxyalcanes ou alcènes, quand il s'agit d'utiliser un alcool dihydrique, et/ou dans le groupe constitué par le glycérol, les butane triol, pentane triol, hexane triol, heptane triol, octane triol, nonane triol, décane triol, undécane triol, dodécane triol et autres trihydroxyalcanes ou alcènes quand il s'agit d'utiliser un alcool trihydrique.

Les compositions selon l'invention, réalisées au moyen des composants (a), (b) ou (c) que sont :

35

- les paraffines d'origine pétrolière ou de synthèse renfermant en mélange des hydrocarbures saturés et/ou insaturés de formule générale C<sub>n</sub>H<sub>2n+2</sub> et/ou C<sub>n</sub>H<sub>2n</sub> avec  $n \geq 30$  ;

5 - au moins une huile hydrocarbonée linéaire et/ou cyclique, d'origine aliphatique et/ou naphénique, de formule générale  $C_nH_{2n+2}$  et  $C_nH_{2n}$  avec  $n < 30$  dans un état liquide à température ambiante ;

10 - et/ou au moins une huile formée d'un ester résultant de la réaction de condensation d'un acide gras, saturé et/ou insaturé, avec un alcool mono, di ou trihydrique ;

15 sont des compositions synergiques destinées à être appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés, avant le début de prise, pour empêcher l'évaporation nécessaire à leur prise et à leur durcissement, dont le caractère synergique s'affirme à travers leur capacité à empêcher l'évaporation d'eau infiniment mieux que les émulsions de paraffines seules ou d'huiles seules.

20 Ce caractère synergique est atteint dès lors que les divers composants de ces compositions ou émulsions aqueuses sont présents, en pourcentage de matières actives (ou matières sèches) à raison de :

25 - composant (a) ou paraffine : de 2% à 90% en poids, préférentiellement de 5% à 60% en poids, très préférentiellement de 5% à 40% en poids ;

30 - composant (b) ou huile hydrocarbonée : de 5% à 90% en poids, préférentiellement de 8% à 40% en poids, très préférentiellement de 9% à 30% en poids ;

35 - composant (c) ou huile formée d'au moins un ester : de 5% à 90% en poids, préférentiellement de 10% à 50% en poids, très préférentiellement de 15% à 40% en poids ;

- eau : QSP à 100% en poids.

De plus, le rapport pondéral en matière active sèche du cumul des huiles et de la paraffine présentes dans les émulsions aqueuses des compositions selon l'invention doit être au moins égal à 0,25, peut être préférentiellement au  
5 moins égal à 0,63 et peut varier très préférentiellement entre 0,64 et 9.

Les compositions selon l'invention, sous forme d'émulsions aqueuses, ont une teneur en matière sèche qui peut varier,  
10 en général, de 10% à 60% en poids, mais de préférence de 30% à 50% en poids.

Lesdites compositions sous forme d'émulsions aqueuses sont utilisées par pulvérisation sur les surfaces à protéger,  
15 la charge utile déposée par unité de surface étant comprise entre 50 g/m<sup>2</sup> et 150 g/m<sup>2</sup> pour atteindre la protection totale, c'est-à-dire une absence d'évaporation desdites surfaces.

20 Les compositions selon l'invention, qui sont des émulsions aqueuses, sont stables au stockage, même prolongé.

De plus, quand ces compositions selon l'invention sont mises en œuvre, elles se révèlent avoir une très grande  
25 efficacité car, par opposition aux compositions de l'état de la technique, elles nécessitent une quantité de matière sèche active déposée par m<sup>2</sup> à protéger infiniment plus faible, les rendant ainsi à la fois très efficaces et très économiques.

30 L'invention concerne également un procédé de préparation des compositions de protection contre l'évaporation d'eau de surfaces de mortiers et/ou bétons fraîchement coulés, qui comporte les étapes successives d'introduction des  
35 divers composants dans une zone de préparation très fortement soumise à agitation, dont le contenu peut être chauffé et/ou refroidi, ces étapes étant :

- 5 i) l'introduction, selon la quantité calculée, de l'eau, nécessaire à la création de l'émulsion, puis éventuellement celle d'un agent émulsifiant dans ladite zone, ce premier mélange étant soumis à forte agitation pendant le temps nécessaire à l'obtention d'un milieu homogène ;
- 10 ii) l'introduction, selon les quantités calculées, du mélange des huiles des composants (b) et/ou (c), formant un deuxième mélange, qui est soumis à la même forte agitation pendant le temps nécessaire à l'obtention de la première émulsion "huile dans l'eau" ;
- 15 iii) l'introduction, selon la quantité calculée et sous agitation douce, de la paraffine dans le deuxième mélange :
- préalablement chauffée à une température suffisante pour provoquer la fusion et le passage à l'état d'émulsion de la paraffine quand ladite paraffine est introduite sous la forme d'une poudre très fine ;
  - à une température ambiante quand la paraffine est introduite sous la forme d'une émulsion aqueuse ;
- 25 et maintien de l'agitation douce pendant le temps prolongé nécessaire à la formation de l'émulsion, avec un éventuel refroidissement de l'émulsion ;
- 30 iv) puis, soumission de l'émulsion résultant du deuxième mélange transformée en émulsion aqueuse à une agitation douce pendant un temps prolongé pour homogénéiser l'émulsion aqueuse formée contenant tous les composants.

Cet ultime temps d'agitation douce de l'étape iv) peut atteindre 90 minutes, voire le dépasser.

Exemple 1

On a préparé, sous la forme d'une émulsion aqueuse, des  
5 compositions selon l'invention, formées de :

- paraffine : Mobilcer 115 (marque déposée),  
commercialisée par la société MOBIL sous la forme d'une  
émulsion aqueuse à 45% en poids d'extrait sec ;
- 10 - huile de type (c), qui est un ester d'acide gras  
triglycéride, résultant de l'estérification d'un  
mélange d'acides (huile TUNGOIL) qui sont, à raison de  
80% en poids, de l'acide éléostéarique (en C<sub>18</sub> avec 3  
15 insaturations), à raison de 1% d'acide palmitique (en  
C<sub>16</sub>) et à raison de 19% d'acides linoléique,  
linolénique et oléique (en C<sub>18</sub>) par le glycérol ;
- eau : QSP à 100% en poids.

20

Le mode de préparation a été le suivant :

Dans un réacteur approprié, on introduit d'abord la  
quantité d'eau nécessaire à la réalisation de la  
25 composition selon l'invention par la formation d'une  
émulsion aqueuse.

Quand la paraffine se présente sous l'aspect d'une  
émulsion aqueuse, la quantité d'eau initialement  
30 introduite tient compte de la quantité d'eau contenue dans  
l'émulsion aqueuse de paraffine.

Si nécessaire, un agent émulsifiant (tensio-actif) est  
introduit dans le volume initial d'eau, par exemple le  
35 Montanox 85 (marque déposée) commercialisé par la société  
SEPPIC.

L'eau initialement introduite est soumise, qu'elle contienne ou non un agent dispersant, à une agitation importante par un agitateur TURAX tournant à 20000 tours/minutes.

5

Sous cette agitation importante, l'huile de type (c) est introduite dans le volume aqueux en formant un mélange maintenu sous l'agitation importante pendant cinq minutes, pour former l'émulsion "huile dans l'eau".

10

Au terme de ces cinq minutes de forte agitation, ladite agitation est calmée, la vitesse de rotation du TURAX étant portée à 5000 tours/minute. Sous cette faible agitation, l'émulsion aqueuse de paraffine est introduite

15 dans l'émulsion d'huile dans l'eau.

Quand l'introduction de l'émulsion aqueuse de paraffine est achevée, le mélange d'émulsions formé est soumis, pendant au plus 90 minutes, à une agitation douce, la

20 vitesse de rotation du TURAX étant maintenue à 5000 tours/minute.

Au terme de ce temps final d'agitation, la composition selon l'invention est prête à être exploitée par

25 pulvérisation, à raison de 60 g/m<sup>2</sup> d'une composition conforme à l'invention contenant 50% en poids d'extrait sec.

Huit formules (1 à 8) de compositions selon l'invention

30 ont été réalisées, dont les pourcentages en poids des composants sont donnés dans le tableau I ci-après.

Tableau I

N° de la formule	% en poids du total de l'eau dans l'émulsion	% en poids d'extrait sec de paraffine	% en poids d'huile à base d'esters	% en poids d'extrait sec total
1	50,87	39,13	10,00	49,13
2	50,76	34,24	15,00	49,24
3	50,65	29,35	20,00	49,35
4	50,51	24,46	25,03	49,49
5	50,43	19,57	30,00	49,57
6	50,22	14,54	35,00	49,54
7	49,71	9,99	40,30	50,29
8	49,90	4,99	45,10	50,09

5 Dans le tableau I précité, le pourcentage en poids d'eau, présente dans la composition selon l'invention, est le cumul de l'eau présente dans l'émulsion de Mobilcer 115 (à 45% en poids d'extrait sec), et de l'eau introduite en supplément, le pourcentage en poids de paraffine étant  
10 ainsi exprimé en pourcentage en poids d'extrait sec, de même que le pourcentage en poids de l'huile à base d'esters mise en œuvre.

A titre de comparaison, quatre formules de compositions en  
15 émulsion aqueuse ont été préparées, deux d'entre elles (9, 10) contenant la même huile en émulsion dans l'eau que celle mise en œuvre dans les huit formules de l'invention, les deux autres (11, 12) contenant la même paraffine en émulsion dans l'eau que celle mise en œuvre dans les huit  
20 formules de l'invention.

Les formules de chacune de ces compositions comparatives sont données dans le tableau II ci-après.

Tableau II

N° de la formule	% en poids du total de l'eau dans l'émulsion	% en poids d'agent émulsifiant	% en poids d'extrait sec de paraffine	% en poids d'huile à base d'ester	% en poids d'extrait sec total
Témoin 9	62	3	0	35	38
Témoin 10	48	3	0	49	52
Témoin 11	55	0	45	0	45
Témoin 12	82,15	0	14,85	0	14,85

5

Des essais d'utilisation desdites compositions ont été conduits sous la forme d'une couche pulvérisée pour chacune d'entre elles, déposée sur la surface de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés, mis en œuvre pour assurer la rétention d'eau au sein desdits mortiers et/ou bétons au moment de la prise, puis de leur durcissement.

Ces essais de protection de surfaces ont été réalisés à dosage équivalent, ce dosage étant de 60 g/m<sup>2</sup> de l'émulsion à 50% d'extrait sec.

Les résultats de cette rétention en eau ont été réunis dans le tableau III ci-après, sous la forme d'un coefficient de protection à 6 heures et 24 heures après la coulée du béton, qui indique le pourcentage en poids d'eau maintenu sur les surfaces traitées.



Tableau III

N° de la formule	Coefficient de protection	
	à 6 heures	à 24 heures
1	67,9	63,2
2	80,6	75,3
3	79,4	73,5
4	85,9	73,6
5	89,6	78,2
6	88,9	80,5
7	79,3	76,5
8	72,0	70,3
Témoin 9	58,3	45,3
Témoin 10	80,9	66,2
Témoin 11	18,8	12,3
Témoin 12	13,5	8,4

5 Les remarques qui peuvent être tirées de ces trois tableaux sont les suivantes :

- 10 - il y a bien synergie dans les compositions selon l'invention car la comparaison des essais 1 à 8 avec les essais témoins 9 et 10 pour l'huile, 11 et 12 pour la paraffine, montre que la présence simultanée de l'huile et de la paraffine dans la composition en émulsion aqueuse entraîne des résultats en matière de protection très supérieurs aux résultats des témoins ;
- 15 - il se produit un phénomène de maximisation de la protection des surfaces traitées quand le rapport des pourcentages en poids d'huile sur les pourcentages en poids d'extrait sec de paraffine, dans les compositions selon l'invention, est très
- 20 préférentiellement compris entre 0,64 et 9 ;
- 25 - les protections des surfaces traitées sont acquises avec une faible quantité en matière sèche active des compositions selon l'invention et ce, par rapport aux compositions témoins.

Exemple 2

On a préparé, sous la forme d'une émulsion aqueuse, des compositions selon l'invention, formées de :

- 5
- paraffine : Mobilcer 115 (marque déposée), commercialisée par la société MOBIL sous la forme d'une émulsion aqueuse à 45% en poids d'extrait sec ;
  - 10 - huile de type (b), qui est une huile paraffinique, de viscosité faible et égale à 20 mm<sup>2</sup>/s commercialisée par la société MOBIL sous le nom de marque 60 NEUTRAL ;
  - 15 - eau : QSP à 100% en poids.

Le mode de préparation des compositions selon l'invention est le même que celui décrit dans l'exemple 1.

- 20 Sept formules ont été réalisées, dont les pourcentages en poids des composants sont donnés dans le tableau IV ci-après.

Tableau IV

25

N° de la formule	% en poids du total d'eau dans l'émulsion	% en poids de l'agent émulsifiant	% en poids d'extrait sec de paraffine	% en poids d'huile paraffinique de type b)	% en poids d'extrait sec total
13	69,57	0,95	23,47	6,00	30,43
14	69,12	1,34	20,54	9,00	30,88
15	68,60	1,79	17,61	12,00	31,40
16	68,77	2,14	14,26	14,53	30,94
17	68,71	2,60	11,27	17,42	31,29
18	68,33	3,10	8,40	20,17	31,67
19	68,02	3,50	5,57	22,91	31,98

- Dans le tableau IV précité, le pourcentage en poids d'eau, présente dans la composition selon l'invention, est le cumul de l'eau présente dans l'émulsion de Mobilcer 115 (à 45% en poids d'extrait sec), le pourcentage en poids de paraffine étant ainsi exprimé en pourcentage en poids d'extrait sec, ainsi que l'huile paraffinique mise en œuvre.
- 10 De plus, les compositions 13 à 19 selon l'invention ont reçu un agent émulsifiant qui est un agent non ionique, ester de sorbitan, possédant 85 motifs d'oxyde d'éthylène, vendu sous la marque MONTANOX 85 par la société SEPPIC.
- 15 A titre de comparaison, quatre formules de compositions en émulsion aqueuse ont été préparées, deux d'entre elles (20, 21) contenant la même huile en émulsion dans l'eau que celle mise en œuvre dans les sept formules de l'invention, les deux autres (22, 23) contenant la même paraffine en émulsion dans l'eau que celle mise en œuvre dans les sept formules de l'invention.
- 20

Les formules de chacune de ces compositions comparatives sont données dans le tableau V ci-après.

25

Tableau V

N° de la formule	% en poids du total de l'eau dans l'émulsion	% en poids d'agent émulsifiant	% en poids d'extrait sec de paraffine	% en poids d'huile paraffinique	% en poids d'extrait sec total
20	77	3	0	20	23
21	48	3	0	49	52
22	55	0	45	0	45
23	85,15	0	14,85	0	14,85

Des essais d'utilisation desdites compositions ont été conduits sous la forme d'une couche pulvérisée pour chacune d'entre elles, déposée sur la surface de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés, mis en œuvre pour  
5 assurer la rétention d'eau au sein desdits mortiers et/ou bétons au moment de la prise, puis de leur durcissement.

Ces essais de protection de surfaces ont été réalisés à dosage équivalent, ce dosage étant de  $60 \text{ g/m}^2$  de  
10 l'émulsion à 30% d'extrait sec dans un cas, et de  $150 \text{ g/m}^2$  de l'émulsion à 30% dans l'autre cas.

Les résultats de cette rétention en eau ont été réunis dans les tableaux VI et VII ci-après, sous la forme d'un  
15 coefficient de protection à 6 heures et 24 heures après la coulée du béton, qui indique le pourcentage en poids d'eau maintenu sur les surfaces traitées.

Tableau VI

20 Essais de protection de surfaces réalisées à dosage équivalent de  $60 \text{ g/m}^2$  de l'émulsion à 30% d'extrait sec

N° de la formule	Coefficient de protection	
	à 6 heures	à 24 heures
13	78,6	76,9
14	79,5	77,4
15	82,6	80,3
16	83,5	80,6
17	83,4	81,2
18	82,5	78,7
19	79,0	76,6

Tableau VII

Essais de protection de surfaces réalisées à dosage équivalent de 150 g/m<sup>2</sup> de l'émulsion à 30% d'extrait sec

N° de la formule	Coefficient de protection	
	à 6 heures	à 24 heures
13	94,3	92,3
14	95,4	92,9
15	99,1	96,4
16	100	96,7
17	100	97,5
18	99,0	94,4
19	94,9	91,9
Témoin 20	32,6	25,2
Témoin 21	77,1	64,8
Témoin 22	26,0	17,1
Témoin 23	13,5	8,4

5

Les remarques qui peuvent être tirées de ces tableaux sont les suivantes :

- 10 - il y a bien synergie dans les compositions selon l'invention car la comparaison des essais 13 à 19 avec les essais témoins 20 et 21 pour l'huile, 22 et 23 pour la paraffine, montre que la présence simultanée de l'huile et de la paraffine dans la composition en émulsion aqueuse entraîne des résultats en matière de protection très supérieurs aux résultats des témoins ;
- 15 - il se produit un phénomène de maximisation de la protection des surfaces traitées quand le rapport des pourcentages en poids d'huile sur les pourcentages en poids d'extrait sec de paraffine, dans les compositions selon l'invention, est très
- 20 préférentiellement compris entre 0,64 et 9 ;
- 25 - les protections des surfaces traitées sont acquises avec une faible quantité en matière sèche active des compositions selon l'invention et ce, par rapport aux compositions témoins.

**REVENDICATIONS**

1. Compositions destinées à être appliquées sur des surfaces de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés, avant le début de prise, pour empêcher l'évaporation de l'eau nécessaire à leur prise et à leur durcissement, se caractérisent en ce que, dans le but de les rendre synergique à l'égard de la rétention d'eau, elles se composent, sous la forme d'émulsions aqueuses :
- a) d'au moins une paraffine d'origine pétrolière ou de synthèse renfermant, en mélange, des hydrocarbures saturés et insaturés aliphatiques de formules générales  $C_nH_{2n+2}$  et  $C_nH_{2n}$  pour lesquels n est au moins égal à 30 et dont le point de fusion est compris entre 40°C et 75°C ;
- b) d'au moins une huile hydrocarbonée linéaire et/ou cyclique, d'origine aliphatique et/ou naphténique, qui sont des chaînes hydrocarbonées, seules ou en mélange, de formules générales  $C_nH_{2n+2}$  et  $C_nH_{2n}$  pour lesquelles n est inférieur à 30, dans un état liquide à température ambiante ;
- c) et/ou d'au moins une huile formée d'au moins un ester résultant de la réaction de condensation d'un acide gras saturé et/ou insaturé avec un alcool mono, di ou trihydrique.
2. Compositions selon la revendication 1, caractérisées en ce que la paraffine est choisie dans le groupe constitué par des alcanes et/ou alcènes, pris seuls ou en mélange, qui sont des hydrocarbures saturés et/ou insaturés d'origine pétrolière ou de synthèse, de formules générales  $C_nH_{2n+2}$  et  $C_nH_{2n}$  dans lesquelles n prend une valeur préférentiellement comprise entre  $30 \leq n \leq 120$ .

3. Compositions selon les revendications 1 ou 2, caractérisées en ce que la paraffine a un point de fusion préférentiellement compris entre 50°C et 70°C.
4. Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisées en ce que la paraffine a une densité comprise entre 0,85 et 0,95, et préférentiellement comprise entre 0,88 et 0,92.
5. Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisées en ce que l'huile hydrocarbonée est de formules générales  $C_nH_{2n+2}$  et/ou  $C_nH_{2n}$  dans lesquelles n prend préférentiellement une valeur comprise entre 10 et 25.
6. Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisées en ce que l'huile hydrocarbonée est choisie parmi celles ayant une viscosité cinématique comprise entre 5 et 500 mm<sup>2</sup>/s.
7. Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisées en ce que l'huile hydrocarbonée est choisie parmi celles ayant une densité comprise entre 0,83 et 0,97.
8. Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisées en ce que les acides gras entrant dans la préparation de l'huile formée d'au moins un ester sont choisis dans le groupe des acides gras en C<sub>8</sub> à C<sub>24</sub>.
9. Compositions selon la revendication 8, caractérisées en ce que les acides gras sont choisis dans le groupe constitué par les acides gras en C<sub>8</sub> à C<sub>24</sub>, tels que, par exemple, l'acide caprylique, caprique, laurique, myristique, palmitique, stéarique, arachidique, béhénique, lignocérique, palmitoléique, oléique, gadaléique, érucique, linoléique, linolénique, isolinolénique.

10. Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 9, caractérisées en ce que les alcools mono, di ou trihydriques entrant dans la préparation de l'huile formée d'au moins un ester sont choisis dans le groupe constitué par les alcanols et les alcénols en C<sub>2</sub> à C<sub>20</sub>.
11. Compositions selon la revendication 10, caractérisées en ce que l'alcool monohydrique est choisi dans le groupe constitué par l'éthanol, le propanol, le butanol, le pentanol, l'alcool stéarique, l'alcool oléique, l'alcool dihydrique est choisi dans le groupe constitué par les propane diol, butane diol, pentane diol, hexane diol, heptane diol, octane diol, nonane diol, décane diol, undécane diol et dodécane diol et autres dihydroxyalcanes ou alcènes, l'alcool trihydrique est choisi dans le groupe constitué par le glycérol, les butane triol, pentane triol, hexane triol, heptane triol, octane triol, nonane triol, décane triol, undécane triol, dodécane triol et autres trihydroxyalcanes ou alcènes.
12. Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisées en ce que :
- le composant (a), qui est formé d'au moins une paraffine, est présent dans lesdites compositions à raison de 2% à 90% en poids, préférentiellement de 5% à 60% en poids et très préférentiellement de 5% à 40% en poids ;
  - le composant (b), qui est formé d'au moins une huile hydrocarbonée, est présent dans lesdites compositions à raison de 5% à 90% en poids, préférentiellement de 8% à 40% en poids et très préférentiellement de 9% à 30% en poids ;
  - et/ou le composant (c), qui est formé d'au moins une huile composée d'au moins un ester, est présent dans lesdites compositions à raison de 5% à 90% en poids, préférentiellement de 10% à 50% en poids et très préférentiellement de 15% à 40% en poids ;



- et l'eau : QSP à 100% en poids.

13. Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 12, caractérisées en ce que le rapport pondéral en matière active sèche du cumul des huiles et de la paraffine présentes est au moins égal à 0,25, est préférentiellement au moins égal à 0,63 et est très préférentiellement compris entre 0,64 et 9.
14. Compositions selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisées en ce que lesdites compositions, sous forme d'émulsion, ont une teneur en matière sèche comprise entre 10% en poids et 60% en poids et, de préférence, comprise entre 30% en poids et 50% en poids.
15. Procédé de préparation des compositions telles que définies dans l'une quelconque des revendications 1 à 14, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes successives d'introduction des divers composants dans une zone de préparation soumise à agitation, dont le contenu peut être chauffé et/ou refroidi, ces étapes étant :
- i) l'introduction, selon la quantité calculée, de l'eau, nécessaire à la création de l'émulsion, puis éventuellement celle d'un agent émulsifiant dans ladite zone, le premier mélange étant soumis à forte agitation pendant le temps nécessaire à l'obtention d'un milieu homogène ;
  - ii) l'introduction, selon les quantités calculées, du mélange des huiles des composants (b) et/ou (c), formant un deuxième mélange, qui est soumis à la même forte agitation pendant le temps nécessaire à l'obtention de la première émulsion "huile dans l'eau" ;

iii) l'introduction, selon la quantité calculée et sous agitation douce, de la paraffine dans le deuxième mélange :

- 5                   - préalablement chauffée à une température suffisante pour provoquer la fusion et le passage à l'état d'émulsion de la paraffine quand la paraffine est introduite sous la forme d'une poudre très fine ;
- 10                  - à une température ambiante quand la paraffine est introduite sous la forme d'une émulsion aqueuse ;

et maintien de l'agitation douce pendant le temps prolongé nécessaire à la formation de l'émulsion, avec un éventuel refroidissement de l'émulsion ;

15

iv) puis, soumission de l'émulsion résultant du deuxième mélange transformée en émulsion aqueuse à une agitation douce pendant un temps prolongé pour homogénéiser l'émulsion aqueuse formée contenant tous les composants.

20

16. Application des compositions telles que définies dans l'une quelconque des revendications 1 à 14, à la protection contre l'évaporation d'eau de surfaces de mortiers et/ou de bétons fraîchement coulés par pulvérisation desdites compositions en émulsions aqueuses sur lesdites surfaces à raison d'une charge utile déposée par unité de surface comprise entre 50 g/m<sup>2</sup> et 150 g/m<sup>2</sup> pour atteindre la protection totale.

25